



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ЗАЯВКА НА ИЗОБРЕТЕНИЕ(21)(22) Заявка: **2009132005/04, 24.01.2008**

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
26.01.2007 US 60/886,771
26.01.2007 DE 102007004960.0
16.11.2007 DE 102007055086.5
16.11.2007 US 60/988,619

(43) Дата публикации заявки: **10.03.2011** Бюл. № 7(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на национальной фазе: **26.08.2009**(86) Заявка РСТ:
EP 2008/050785 (24.01.2008)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2008/090190 (31.07.2008)

Адрес для переписки:

**105064, Москва, а/я 88, "Патентные
поверенные Квашнин, Сапельников и
партнеры", пат.пов. В.П.Квашнину, рег. N 4**

(71) Заявитель(и):

БАСФ СЕ (DE)

(72) Автор(ы):

**ДИФФЕНБАХЕР Армин (DE),
ХАММОН Ульрих (DE),
ШЛИПХАКЕ Фолькер (DE),
ЗИДЕР Георг (DE)**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АКРИЛОВОЙ КИСЛОТЫ**(57) Формула изобретения**

1. Способ получения акриловой кислоты, в соответствии с которым путем осуществляемого при повышенной температуре гетерогенно катализируемого газофазного частичного окисления молекулярным кислородом по меньшей мере одного соответствующего исходного соединения с тремя атомами углерода на находящихся в твердом агрегатном состоянии катализаторах получают газовую смесь продуктов, содержащую акриловую кислоту, водяной пар и побочные компоненты, температуру указанной смеси при необходимости снижают путем прямого и/или косвенного охлаждения, после чего указанную смесь направляют в оснащенную эффективно разделяющими элементами конденсационную колонну, вдоль которой она самостоятельно поднимается при одновременном протекании фракционной конденсации, причем через первый боковой отбор, находящийся выше места подачи газовой смеси реакционных продуктов в конденсационную колонну, из конденсационной колонны выводят обедненную водой и побочными компонентами сырую акриловую кислоту в качестве целевого продукта, через находящийся выше первого бокового отбора второй отбор жидкой фазы из конденсационной колонны

выводят содержащую акриловую кислоту и побочные компоненты кислую воду, из верхней части конденсационной колонны выводят остаточную газовую смесь, содержащую побочные компоненты, кипящие при более низкой температуре, чем вода, из куба конденсационной колонны выводят кубовую жидкость, содержащую акриловую кислоту, а также побочные продукты и побочные компоненты, кипящие при более высокой температуре, чем акриловая кислота, частичное количество отбираемой кислой воды как таковое и/или после охлаждения возвращают в конденсационную колонну в качестве флегмы, и сырую акриловую кислоту при необходимости подвергают дополнительной очистке по меньшей мере одним другим методом термического разделения, отличающийся тем, что акриловую кислоту, содержащуюся по меньшей мере в частичном количестве невозвращаемой в конденсационную колонну кислой воды, переводят в органический растворитель путем выполняемой этим растворителем экстракции, сопровождаемой образованием содержащего акриловую кислоту органического экстракта, из которого акриловую кислоту в дальнейшем выделяют по меньшей мере одним методом термического разделения, причем выделенную акриловую кислоту возвращают в конденсационную колонну, направляют на дополнительную очистку сырой акриловой кислоты и/или переводят в водный раствор гидроксида металла.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что исходным соединением с тремя атомами углерода является пропилен, акролеин или смесь пропилена с акролеином.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что акриловую кислоту, содержащуюся по меньшей мере в 25 мас.% невозвращаемой в конденсационную колонну кислой воды, переводят в органический растворитель путем выполняемой этим растворителем экстракции, сопровождаемой образованием содержащего акриловую кислоту органического экстракта, из которого акриловую кислоту в дальнейшем выделяют по меньшей мере одним методом термического разделения, причем выделенную акриловую кислоту возвращают в конденсационную колонну, направляют на дополнительную очистку сырой акриловой кислоты и/или переводят в водный раствор гидроксида металла.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что экстракцию акриловой кислоты из кислой воды осуществляют в экстракционной колонне, которая в качестве эффективно разделяющих встроенных элементов содержит насадку и/или сетчатые тарелки.

5. Способ по п.4, отличающийся тем, что в верхнюю часть экстракционной колонны подают органический растворитель, а в зону ее куба кислую воду, причем органический растворитель поднимается в виде фазы, диспергированной в непрерывной кислой водной фазе, или отличающийся тем, что в верхнюю часть экстракционной колонны подают кислую воду, а в зону ее куба органический растворитель, причем органический растворитель поднимается в виде фазы, диспергированной в непрерывной кислой водной фазе.

6. Способ по п.1, отличающийся тем, что органический растворитель содержит по меньшей мере один сложный эфир на основе алифатической или ароматической монокарбоновой кислоты с 5-20 атомами углерода и спирта с 1-8 атомами углерода.

7. Способ по п.1, отличающийся тем, что органический растворитель содержит по меньшей мере один сложный диэфир на основе алифатической или ароматической монокарбоновой кислоты с 5-20 атомами углерода и спирта с 1-8 атомами углерода.

8. Способ по п.1, отличающийся тем, что органическим растворителем является диметилфталат, диэтилфталат, диметилизофталат, диэтилизофталат, диметилтерефталат и/или диэтилтерефталат.

9. Способ по п.1, отличающийся тем, что температура кипения органического растворителя при атмосферном давлении составляет $\geq 200^{\circ}\text{C}$.

10. Способ по п.1, отличающийся тем, что акриловую кислоту выделяют из органического экстракта путем его отпаривания первым отпаривающим газом, причем первый отпаривающий газ, содержащий отпаренную акриловую кислоту, возвращают в конденсационную колонну, и/или отпаренную акриловую кислоту, содержащуюся в первом отпаривающем газе, переводят в водный раствор гидроксида металла.

11. Способ по п.1, отличающийся тем, что из органического экстракта путем отпаривания первым отпаривающим газом выделяют акриловую кислоту, причем образующийся первый отпаривающий газ, содержащий отпаренную акриловую кислоту, используют в качестве второго отпаривающего газа с целью отпаривания акриловой кислоты, содержащейся в выводимой из конденсационной колонны кубовой жидкости, и причем образующийся при этом второй отпаривающий газ, содержащий отпаренную акриловую кислоту, возвращают в конденсационную колонну и/или отпаренную акриловую кислоту, содержащуюся во втором отпаривающем газе, переводят в водный раствор гидроксида металла.

12. Способ по п.11, отличающийся тем, что отпаривание выводимой из конденсационной колонны кубовой жидкости осуществляют в снабженной эффективно разделяющими встроенными элементами отпарной колонне, температура в кубе которой составляет от 150 до 190°C.

13. Способ по п.11, отличающийся тем, что прежде чем вернуть второй отпаривающий газ, содержащий отпаренную акриловую кислоту, в конденсационную колонну и/или перевести отпаренную акриловую кислоту, содержащуюся во втором отпаривающем газе, в водный раствор гидроксида металла, второй отпаривающий газ, содержащий отпаренную акриловую кислоту, подвергают противоточной ректификации.

14. Способ по п.10, отличающийся тем, что в качестве первого отпаривающего газа используют воздух, азот, диоксид углерода и/или водяной пар.

15. Способ по п.10, отличающийся тем, что в качестве первого отпаривающего газа используют остаточную газовую смесь.

16. Способ по п.1, отличающийся тем, что сырую акриловую кислоту подвергают дополнительной кристаллизационной очистке.

17. Способ по п.16, отличающийся тем, что в сырую акриловую кислоту перед дополнительной кристаллизационной очисткой добавляют частичное количество невозвращаемой в конденсационную колонну кислой воды.

18. Способ по п.16, отличающийся тем, что дополнительную кристаллизационную очистку сырой акриловой кислоты или ее смеси с кислой водой осуществляют путем суспензионной кристаллизации.

19. Способ по п.18, отличающийся тем, что для разделения остающегося после суспензионной кристаллизации маточного щелока и образующегося при суспензионной кристаллизации суспензионного кристаллизата используют промывную колонну.

20. Способ по п.17, отличающийся тем, что после его реализации выполняют радикальную полимеризацию, в соответствии с которой сополимеризуют расплавленный кристаллизат акриловой кислоты и/или ее металлическую соль.

21. Способ по п.10, отличающийся тем, что после его реализации выполняют радикальную полимеризацию, в соответствии с которой сополимеризуют акриловую кислоту, переведенную в водный раствор гидроксида металла из первого и/или второго отпаривающего газа, содержащего акриловую кислоту.

22. Способ по п.1, отличающийся тем, что частичное количество остаточной газовой смеси в качестве газа циркуляционного контура возвращают на газофазное

частичное окисление.

23. Способ по п.1, отличающийся тем, что в условиях экстракции удельная масса органического растворителя ≥ 25 кг/м³ превышает удельную массу воды.

24. Способ по п.1, отличающийся тем, что водный раствор гидроксида металла содержит растворенный гидроксид натрия (NaOH), гидроксид калия (KOH), гидроксид кальция (Ca(OH)₂) и/или гидроксид магния (Mg(OH)₂).

25. Способ по одному из пп.1-24, отличающийся тем, что в конденсационную колонну между первым боковым отбором и вторым боковым отбором подают жидкий абсорбент, температура кипения T_S которого при атмосферном давлении выше или равна температуре кипения T_W воды при атмосферном давлении.

RU 2009132005 A

RU 2009132005 A